

516 308

PCT/EP2003/006001

PATENT COOPERATION TREATY



Translation

Rec'd PCT/PTO 10 DEC 2003 PCT

## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference O.Z. 6207-WO	<b>FOR FURTHER ACTION</b> See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/EP2003/006001	International filing date ( <i>day/month/year</i> ) 07 June 2003 (07.06.2003)	Priority date ( <i>day/month/year</i> ) 14 June 2002 (14.06.2002)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C01B 33/193		
Applicant DEGUSSA AG		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
2. This REPORT consists of a total of 5 sheets, including this cover sheet.
- ☒ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of 5 sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☐ Certain defects in the international application
- VIII ☐ Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 18 December 2003 (18.12.2003)	Date of completion of this report 24 June 2004 (24.06.2004)
Name and mailing address of the IPEA/EP  Facsimile No.	Authorized officer  Telephone No.

## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP2003/006001

## I. Basis of the report

## 1. With regard to the elements of the international application:\*

- ☐ the international application as originally filed
- ☒ the description:  
pages 1-21, as originally filed  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☒ the claims:  
pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
pages \_\_\_\_\_, as amended (together with any statement under Article 19  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
pages 1-18, filed with the letter of 13 May 2004 (13.05.2004)
- ☒ the drawings:  
pages 1/1, as originally filed  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☐ the sequence listing part of the description:  
pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

## 2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language \_\_\_\_\_ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

## 3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages \_\_\_\_\_
- ☐ the claims, Nos. \_\_\_\_\_
- ☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).\*\*

\* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

\*\* Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP 03/06001

## V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

## 1. Statement

Novelty (N)	Claims	1-18	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-18	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-18	YES
	Claims		NO

## 2. Citations and explanations

## 1. Reference is made to the following documents:

D1: EP-A-0 983 966 (DEGUSSA) 8 March 2000 (2000-03-08)

D2: US-A-5 800 608 (BOMAL YVES ET AL) 1 September 1998  
(1998-09-01)

## 2. Document D1 discloses (cf. page 5, line 18 to page 7, line 58; page 8, lines 33-37; examples) a method for producing a precipitated silica with the following physico-chemical parameters:

BET surface area 80-160 m<sup>2</sup>/gCTAB surface area 80-140 m<sup>2</sup>/g

Sears no. 5-25 ml (consumption of 0.1 N NaOH)

DBP no. 200-300 ml/100g

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> content 0.2-5 weight percent

wherein

- sodium water glass is added,
- sodium water glass and sulfuric acid are stirred in at T=88°C over a period of 125 minutes,
- an aluminum sulfate solution is added,
- the pH value is adjusted with sulfuric acid to between 3 and 5 and
- the product is then filtered and dried.

Document D2 (cf. column 2, line 67 to column 5, line 67; column 6, lines 44-67; column 8, lines 11-50; table 1) describes a method for producing a precipitated silica with the following physico-chemical parameters:

BET surface area 140-200 m<sup>2</sup>/g

CTAB surface area 140-200 m<sup>2</sup>/g

Aluminum content >0.35 weight percent

BET/CTAB ratio 1.0 - 1.2

wherein

- a water glass solution is added,
- water glass and sulfuric acid are stirred in over a period of up to 60 minutes,
- the temperature of the solution is 70 to 98°C,
- an aluminum sulfate solution is added after precipitation is complete,
- the pH value is adjusted to between 4 and 6 and
- the product is then filtered and dried.

Therefore, the subject matter of the claims is novel (PCT Article 33(2)).

3. The subject matter of claim 1 differs from the silicic acid known from document D1 in that the silicic acid according to the invention has a higher CTAB surface area. The problem to be solved by the present invention can thus be seen as that of producing a silicic acid that has improved properties in terms of its use as an elastomer filler.

A solution to this problem is proposed in the claims: an aluminiferous precipitated silica with a high BET and CTAB surface area and an adjustable BET/CTAB ratio.

Document D1 does not contain any suggestion as to how the method might be modified in order to obtain the claimed silicic acid.

Document D2 likewise points away from the invention by describing a two-stage precipitation and doping method: although the silicic acid that is produced has a high CTAB surface area, the aluminum compound is not added until after precipitation and only the surface area is doped with aluminum.

Moreover, document D2 does not disclose Sears numbers.

Therefore, the subject matter of the claims involves an inventive step (PCT Article 33(3)).

#### 4. Certain documents cited

Application No.	Publication date	Filing date	Priority date (valid claim)
Patent No.	(day/month/year)	(day/month/year)	(day/month/year)
WO 02/051749	4 Jul. 2002	21 Dec. 2001	22 Dec. 2000

Rec'd PCT/PTO 10 DEC 2004

**VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM  
GEBIET DES PATENTWESENS**

**PCT**

**INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT**  
(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

REC'D 25 JUN 2004  
 WIPO PCT

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts O.Z. 6207-WO	<b>WEITERES VORGEHEN</b> siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/PEA/416)	
Internationales Aktenzeichen PCT/EP 03/06001	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 07.06.2003	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 14.06.2002
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C01B33/193		
Anmelder DEGUSSSA AG et al.		

1. Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.
2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.
 

☒ Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).

Diese Anlagen umfassen insgesamt 5 Blätter.

3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:

- I ☒ Grundlage des Bescheids
- II ☐ Priorität
- III ☐ Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
- IV ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
- V ☒ Begründete Feststellung nach Regel 66.2 a)ii) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- VI ☐ Bestimmte angeführte Unterlagen
- VII ☐ Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
- VIII ☐ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Datum der Einreichung des Antrags  18.12.2003	Datum der Fertigstellung dieses Berichts  24.06.2004
Name und Postanschrift der mit der internationalen Prüfung beauftragten Behörde  <div style="display: flex; align-items: center;"> <div>             Europäisches Patentamt              D-80298 München              Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d              Fax: +49 89 2399 - 4465           </div> </div>	Bevollmächtigter Bediensteter  Besana, S Tel. +49 89 2399-8002



**I. Grundlage des Berichts**

1. Hinsichtlich der **Bestandteile** der internationalen Anmeldung (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigelegt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)*):

**Beschreibung, Seiten**

1-21 in der ursprünglich eingereichten Fassung

**Ansprüche, Nr.**

1-18 eingegangen am 13.05.2004 mit Schreiben vom 10.05.2004

**Zeichnungen, Blätter**

1/1 in der ursprünglich eingereichten Fassung

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um:

- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- ☐ die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

- ☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- ☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- ☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- ☐ Beschreibung,      Seiten:
- ☐ Ansprüche,      Nr.:
- ☐ Zeichnungen,      Blatt:

# INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP 03/06001

5. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden; da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

*(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen.)*

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

## V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

- |                                |   |
|--------------------------------|---|
| 1. Feststellung                |   |
| Neuheit (N)                    | Ja: Ansprüche 1-18<br>Nein: Ansprüche   |
| Erfinderische Tätigkeit (IS)   | Ja: Ansprüche 1-18<br>Nein: Ansprüche   |
| Gewerbliche Anwendbarkeit (IA) | Ja: Ansprüche: 1-18<br>Nein: Ansprüche: |

2. Unterlagen und Erklärungen:

**siehe Beiblatt**

**Zu Punkt V**

**Begründete Feststellung hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung**

1. Es wird auf die folgenden Dokumente verwiesen:

D1: EP-A-0 983 966 (DEGUSSA) 8. März 2000 (2000-03-08)

D2: US-A-5 800 608 (BOMAL YVES ET AL) 1. September 1998 (1998-09-01)

2. Das Dokument D1 offenbart (vgl. S.5 Z.18-S.7 Z.58; S.8 Z.33-37; Beispiele) ein Verfahren zur Herstellung einer Fällungskieselsäure mit den folgenden physikalisch-chemischen Parametern:

BET-Oberfläche	80-160 m <sup>2</sup> /g
CTAB-Oberfläche	80-140 m <sup>2</sup> /g
Searzahl	5-25 ml (Verbrauch 0,1 n NaOH)
DBP-Zahl	200-300 ml/100g
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Gehalt	0.2-5 Gew.%

wobei

- Natronwasserglass vorgelegt wird,
- bei T=88°C Natronwasserglass und Schwefelsäure unter Rühren über einen Zeitraum von 125 Minuten zudosiert werden,
- eine Aluminiumsulfat-Lösung zugegeben wird,
- der pH-Wert zwischen 3 und 5 mit Schwefelsäure eingestellt wird und
- anschließend filtriert und getrocknet wird.

Das Dokument D2 (vgl. Sp.2 Z.67-Sp.5 Z.67; Sp.6 Z.44-67; Sp.8 Z.11-50; Tab.1) beschreibt ein Verfahren zur Herstellung einer Fällungskieselsäure mit den folgenden physikalisch-chemischen Parametern:

BET-Oberfläche	140-200 m <sup>2</sup> /g
CTAB-Oberfläche	140-200 m <sup>2</sup> /g
Aluminium-Gehalt	> 0.35 Gew.%
BET/CTAB-Verhältnis	1.0 - 1.2

wobei

- eine Wasserglasslösung vorgelegt wird,
- Wasserglass und Schwefelsäure unter Rühren über einen Zeitraum von bis zu 60 Minuten zudosiert werden,
- die Temperatur der Lösung beträgt 70-98°C,
- eine Aluminiumsulfat-Lösung nach beendeter Fällung zugegeben wird,

- der pH-Wert zwischen 4 und 6 eingestellt wird und
- anschließend filtriert und getrocknet wird.

Der Gegenstand der Ansprüche ist somit neu (Artikel 33 (2) PCT).

3. Der Gegenstand von Anspruch 1 unterscheidet sich von der bekannten Kieselsäure aus D1 dadurch, dass die erfindungsgemäße Kieselsäure eine hohe CTAB-Oberfläche aufweisen.

Die mit der vorliegenden Erfindung zu lösende Aufgabe kann somit darin gesehen werden, eine Kieselsäure herzustellen, die verbesserten Eigenschaften hinsichtlich ihrer Verwendung als Elastomerfüllstoff aufweisen.

Eine Lösung für diese Aufgabe wird in den Ansprüchen vorgeschlagen: eine Aluminium-haltige Fällungskieselsäure mit hoher BET- und CTAB-Oberfläche und einem einstellbaren BET/CTAB-Verhältnis.

Es gibt in D1 keinerlei Hinweise welche Modifikationen im Verfahren notwendig wären um die beanspruchte Kieselsäure zu erhalten.

Auch D2 führt von der Erfindung weg, indem ein zweistufiges Fällungs- und Dotierungsverfahren beschrieben wird: die hergestellte Kieselsäure weist zwar eine hohe CTAB-Oberfläche auf, die Zugabe der Aluminiumverbindung erfolgt aber erst nach Fällung, wobei nur die Oberfläche mit Aluminium dotiert wird. Darüberhinaus werden Searzahl-Werte in D2 nicht offenbart.

Daher beruht der Gegenstand der Ansprüche auf einer erfinderischen Tätigkeit (Artikel 33(3) PCT).

#### 4. Bestimmte veröffentlichte Unterlagen

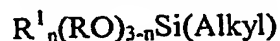
Anmelde Nr. Patent Nr.	Veröffentlichungsdatum (Tag/Monat/Jahr)	Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr)	Prioritätsdatum (zu Recht beansprucht) (Tag/Monat/Jahr)
WO02/051749	04.07.2002	21.12.2001	22.12.2000

Neue Patentansprüche

- 1 Fällungskieselsäure, gekennzeichnet durch
- |  |                             |
|--|-----------------------------|
| BET-Oberflächen                        | 150 - 400 m <sup>2</sup> /g |
| 5 CTAB-Oberflächen                     | 145 - 350 m <sup>2</sup> /g |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Gehalt | 0.2 - 5 Gew.-%.             |
| modifizierte Searszahl V <sub>2</sub>  | 5 - 35 ml/(5 g)             |
2. Fällungskieselsäure nach Anspruch 1,
- 10 dadurch gekennzeichnet,  
dass die Fällungskieselsäuren eine DBP-Aufnahme von 180 bis 320 g/100 g aufweisen.
3. Fällungskieselsäure nach Anspruch 1 oder 2,
- 15 dadurch gekennzeichnet,  
dass die Fällungskieselsäuren ein Verhältnis von BET/CTAB-Oberflächen von 1.0 bis 1.6 aufweisen.
4. Fällungskieselsäure nach Anspruch 3,
- 20 dadurch gekennzeichnet,  
dass sie ein Verhältnis BET/CTAB-Oberfläche von 1.2 bis 1.6 aufweist.
5. Fällungskieselsäure nach Anspruch 1 oder 2,
- dadurch gekennzeichnet,  
dass sie ein Verhältnis BET/CTAB-Oberfläche von 1.33 bis 2.43 aufweist.
- 25 6. Fällungskieselsäure nach einem der Ansprüche 1 bis 5,
- dadurch gekennzeichnet,  
dass sie einen wk-Koeffizienten  $\leq 3.4$  aufweist.
- 30 7. Fällungskieselsäure nach den Ansprüchen 1 bis 6,
- dadurch gekennzeichnet,  
dass ihre Oberfläche mit Organosilanen der Formeln



(I),



(II),

oder



(III),

5

modifiziert sind, in denen bedeuten

B: -SCN, -SH, -SC(O)CH<sub>3</sub>, -SC(O)(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>, -Cl, -NH<sub>2</sub>, -OC(O)CHCH<sub>2</sub>,  
-OC(O)C(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub> (wenn q = 1), oder -S<sub>x</sub>- (wenn q = 2),

R und R<sup>1</sup>: aliphatischer, olefinischer, aromatischer oder arylaromatischer Rest mit 2-bis 30  
C-Atomen, der optional mit den folgenden Gruppen substituiert sein kann:  
Hydroxy-, Amino-, Alkoholat-, Cyanid-, Thiocyanid-, Halogen-, Sulfonsäure-,  
Sulfonsäureester-, Thiol-, Benzoesäure-, Benzoesäureester-, Carbonsäure-,  
Carbonsäureester-, Acrylat-, Methacrylat-, Organosilanrest, wobei R und R<sup>1</sup> eine  
gleiche oder verschiedene Bedeutung oder Substituierung haben können,

10

15

n: 0; 1 oder 2,

Alk: einen zweiwertigen unverzweigten oder verzweigten Kohlenwasserstoffrest mit  
1 bis 6 Kohlenstoffatomen,

m: 0 oder 1,

Ar: einen Arylrest mit 6 bis 12 C-Atomen, bevorzugt 6 C-Atomen, der mit den  
folgenden Gruppen substituiert sein kann: Hydroxy-, Amino-, Alkoholat-,  
Cyanid-, Thiocyanid-, Halogen-, Sulfonsäure-, Sulfonsäureester-, Thiol-,  
Benzoesäure-, Benzoesäureester-, Carbonsäure-, Carbonsäureester-,  
Organosilanrest,

20

p: 0 oder 1 mit der Maßgabe, dass p und n nicht gleichzeitig 0 bedeuten,

25

x: eine Zahl von 2 bis 8,

r: 1, 2 oder 3, mit der Maßgabe, dass r + n + m + p = 4

Alkyl: einen einwertigen unverzweigten oder verzweigten ungesättigten  
Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, bevorzugt 2 bis 8  
Kohlenstoffatomen,

30

Alkenyl: einen einwertigen unverzweigten oder verzweigten ungesättigten  
Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen, bevorzugt 2 bis 8  
Kohlenstoffatomen.

## 8. Verfahren zur Herstellung einer Fällungskieselsäure mit

BET-Oberflächen im Bereich 150 - 400 m<sup>2</sup>/gCTAB-Oberflächen im Bereich 145 - 350 m<sup>2</sup>/g5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt im Bereich 0.2 - 5 Gew.-%,

wobei

a) eine wässrige Wasserglaslösung vorgelegt wird

b) in diese Vorlage unter Rühren bei 55 bis 95 °C für 30 bis 100 Minuten gleichzeitig Wasserglas und Schwefelsäure dosiert,

10 c) mit Schwefelsäure auf einen pH-Wert von ca. 5 angesäuert und

d) filtriert und getrocknet wird,

mit der Maßgabe, dass in den Schritten b) und/oder c) Aluminiumverbindungen zugegeben werden.

## 15 9. Verfahren nach Anspruch 8,

dadurch gekennzeichnet,

dass die in den Schritten b) und c) zugeführten Komponenten jeweils eine gleiche oder unterschiedliche Konzentration aufweisen.

## 20 10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9,

dadurch gekennzeichnet,

dass die in den Schritten b) und c) zugeführten Komponenten jeweils eine gleiche Zulaufgeschwindigkeit aufweisen.

## 25 11. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9,

dadurch gekennzeichnet,

dass die in den Schritten b) und c) zugeführten Komponenten jeweils unterschiedliche Zulaufgeschwindigkeit aufweisen.

## 30 12. Verfahren nach Anspruch 11,

dadurch gekennzeichnet,

dass bei gleicher Konzentration der Komponenten in den Schritten b) und c) die

Zulaufgeschwindigkeit in Schritt c) 110 bis 200 % der Zulaufgeschwindigkeit in Schritt b) beträgt.

13. Verfahren nach Anspruch 11,  
5 dadurch gekennzeichnet,  
dass bei gleicher Konzentration der Komponenten in den Schritten b) und c) die Zulaufgeschwindigkeiten in Schritt c) 50 bis 100 % der Zulaufgeschwindigkeit in Schritt b) beträgt.
- 10 14. Verfahren nach Anspruch 8 bis 13,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass die Trocknung durch Spin-flash, Düsenturm oder Sprühtrocknung und/oder Granulation mit/ohne Walzenkompaktor durchgeführt wird.
- 15 15. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 14,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass man die Fällungskieselsäuren mit Organosilanen der Formeln I bis III in Mischungen von 0.5 bis 50 Teilen, bezogen auf 100 Teile Fällungskieselsäure, insbesondere 1 bis 15  
20 Teile, bezogen auf 100 Teile Fällungskieselsäure modifiziert, wobei die Reaktion zwischen Fällungskieselsäure und Organosilan während der Mischungsherstellung (in situ) oder außerhalb durch Aufsprühen und anschließendes Tempern der Mischung oder durch Mischen des Silans und der Kieselsäuresuspension mit anschließender Trocknung und Temperung durchgeführt wird.
- 25 16. Vulkanisierbare Kautschukmischungen und Vulkanisate, die die Fällungskieselsäure gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6 oder hergestellt nach einem der Ansprüche 8 bis 15 enthalten.
- 30 17. Reifen, enthaltend Fällungskieselsäure nach einem der Ansprüche 1 bis 6 bzw. hergestellt nach einem der Ansprüche 8 bis 15.

18. Verwendung der Kieselsäure gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6 in Batterieseparatoren, Anti-Blocking-Mittel, Mattierungsmittel in Lacken, Papierstrichen oder Entschäumer, in Dichtungen, Tastaturpads, Förderbänder und Fensterdichtungen.

*W*